
Adhérence fibre d'acier – matrice cimentaire dans les mortiers fibrés à hautes températures

Ezziane M.^{1,2}, Molez L.¹, Kadri T.², Jauberthie R.¹, Gouttefangeas F.³

¹ Laboratoire Génie Civil et Génie Mécanique (LGCGM)
INSA – Université Européenne de Bretagne
20, avenue des Buttes de Coësmes, CS 70839, F35708 Rennes cedex, France
{Mohammed.Ezziane, Laurent.Molez, Raoul.Jauberthie }@insa-rennes.fr

² Laboratoire LMPC,
Université de Mostaganem-27000, Algérie
{kadrusaccp@gmail.com}

³ C.M.E.B.A. (Centre de Microscopie Électronique à Balayage et microAnalyse),
Université Rennes 1 - Campus de Beaulieu - Bât. 10 A
263 Av. Du Général Leclerc, CS 74205 35042 Rennes cedex, France
{Francis.Gouttefangeas@univ-rennes1.fr}

RÉSUMÉ. Dans cette étude, nous nous sommes intéressés au comportement mécanique des mortiers renforcés de fibres d'acier. Tout d'abord, nous étudions la résistance à la flexion de ces mortiers après traitement thermique. Ensuite, nous nous intéressons à l'évolution de l'adhérence fibre – matrice en fonction de la température. Ces deux études indiquent une dégradation des caractéristiques physico-mécaniques dès 500°C. Des observations au MEB mettent en évidence une corrosion à haute température des fibres d'aciers. Cette corrosion débute à 500°C. A 800°C, près de 85% de la section des fibres est corrodée ce qui explique les pertes de caractéristiques mécaniques observées précédemment.

ABSTRACT. In this study, we investigate the mechanical behaviour of steel fibres reinforced mortars. First, we study the flexural strength of mortars after heat treatment. Next, we investigate the evolution of the fibre - matrix adhesion function of temperature. Both studies indicate a deterioration of physical-mechanical characteristics at 500 °C. SEM observations show a high temperature corrosion of steel fibres. The corrosion starts at 500 °C. At 800 °C, nearly 85% of the fibres section is corroded which explains the loss of the mechanical properties.

MOTS-CLÉS : mortier fibré, haute température, résistance, adhérence, oxydation

KEY WORDS: Fibres mortar, high temperature, strength, adhesion, oxidation

1. Introduction

Dans une approche sécuritaire de la construction, les structures en béton doivent être conçues de façon à résister à une éventuelle élévation de température. Cette dernière peut être causée par des incendies (tunnels, immeubles de grande hauteur, parkings souterrains,...) ou par des situations accidentelles dans les centrales nucléaires. En particulier, des études ont montré que durant une élévation importante de température (comme lors d'un incendie), le béton non fibré, sans aucun renforcement, pouvait présenter des risques importants d'instabilités thermiques, phénomène plus communément appelé éclatement [KAL 02]. L'éclatement et l'écaillage du béton consistent en un dégagement brusque de matière en partie chauffée. Ce phénomène est attribué aux effets du gradient thermique et de formation de pressions de vapeur d'eau dans ces bétons denses, de porosité limitée [HER 84]. L'ajout de fibres permet de limiter ce phénomène. Les fibres communément utilisées dans ce type de problématique sont les fibres de polypropylène. Celles-ci fondent dès 170°C et créent une porosité supplémentaire qui permet d'atténuer les surpressions de fluide dans la matrice [NOU 02] [SUH 06] [KHO 08]. En revanche, sur le plan mécanique les propriétés sont fortement dégradées [PEN 06] [SUH 06]. Une autre approche est l'ajout de fibres d'acier [POO 04] [CHE 04] [LAU 06]. Celles-ci ne limitent plus les surpressions mais renforcent le mortier vis-à-vis de la fissuration et de l'éclatement. Elles ont un rôle plus mécanique que thermique. L'étude présentée ici s'intéresse à leur comportement mécanique et plus particulièrement à l'arrachement des fibres lors d'une exposition à des hautes températures.

2. Comportement mécanique d'un mortier fibré à haute température

Dans une étude précédente [EZZ 11], nous avons analysé l'effet des fibres d'acier sur le comportement des mortiers exposés à de hautes températures. Nous avons comparé le comportement mécanique d'un mortier normalisé (MN) et d'un mortier normalisé fibré (MNA) avec 0,58% volumique de fibres d'acier (mélange en malaxeur). Nous présentons ci-dessous (Figure 1 et Figure 2) seulement les résultats des essais de flexion 4 points (résistance et module d'élasticité). Les résultats des essais en flexion indiquent une amélioration des propriétés mécaniques résiduelles par rapport à un mortier non fibré. Entre 400 et 500°C, la perte de résistance du mortier fibré est de l'ordre de 40% alors que pour le mortier non fibré la perte est très faible. Au-delà de 500°C, la perte de résistance mécanique devient plus importante pour le mortier fibré ou non. Le gain apporté par les fibres est quasi nul. Le module d'élasticité est peu influencé par l'ajout des fibres. La perte de rigidité est essentiellement due à la déshydratation de la matrice. Les résistances mécaniques sont améliorées car les fibres ont un rôle de couture qui limite la propagation des fissures dues à l'endommagement thermique. Le seuil identifié à 500°C est certainement dû au cumul de l'altération de la zone d'ancrage de la fibre dans la matrice et de l'endommagement de la fibre elle-même.

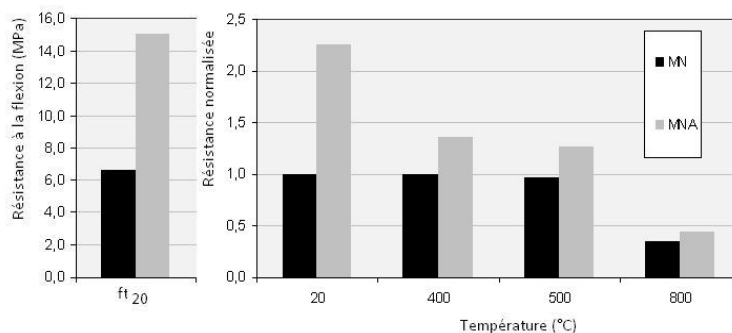


Figure 1. Evolution de la résistance en flexion en fonction de la température. A gauche : valeurs à la température ambiante. A droite : valeurs normalisées par la valeur à 20°C du mortier non fibré.

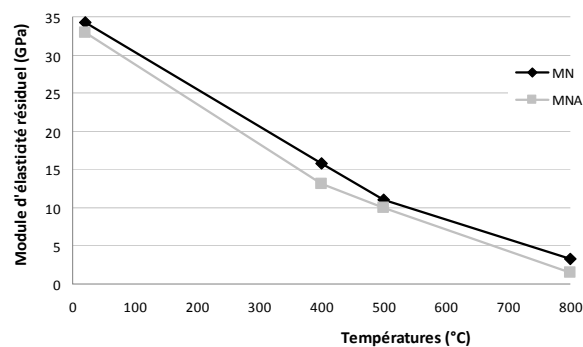


Figure 2. Evolution du module d'élasticité en fonction de la température.

3. Adhérence fibre d'acier - matrice cimentaire en fonction de la température

3.1. Méthodologie

Nous nous intéressons ici à l'adhérence entre les fibres d'acier et la matrice cimentaire. Cette adhérence est liée à la qualité de la matrice cimentaire et à l'état de surface des fibres. Afin d'étudier cette adhérence des éprouvettes 4 cm x 4 cm x 16 cm « modèles » de mortier fibré ont été fabriquées. Le mortier utilisé comme précédemment est un mortier normalisé ($E/C=0,5$; $S/C=3$) à base de ciment CEM I 52,5. Le pourcentage volumique de fibres d'acier ajouté au mortier est 0,58%. Les fibres ont les caractéristiques indiquées dans le Tableau 1. Il existe plusieurs types d'essai d'arrachement de fibres : essai de traction directe sur éprouvettes en os [LEE 10] [SUN 12], essai d'arrachement « pullout » [HAM 10]. Nous avons opté pour un essai de flexion 4 points très simple à mettre en œuvre. Les éprouvettes « modèles » ont été fabriquées en insérant un « peigne » en carton permettant de disposer les fibres à des emplacements prédéfinis (Figure 3). Les

fibres sont donc orientées dans le sens longitudinal de l'éprouvette et réparties selon 1, 2 ou 3 lits horizontaux. L'éprouvette est donc séparée en deux parties de béton indépendantes simplement retenues par les fibres d'acier ancrées dans chacune des parties (Figure 4).

Tableau 1. Caractéristiques des fibres d'acier.

	ϕ (μm)	L (mm)	ρ (kg/dm^3)	σ_t (GPa)	E (GPa)	T_{fusion} ($^{\circ}\text{C}$)	α (μ/m)
Fibre	250	25	7,85	1 à 3	200	1500	11

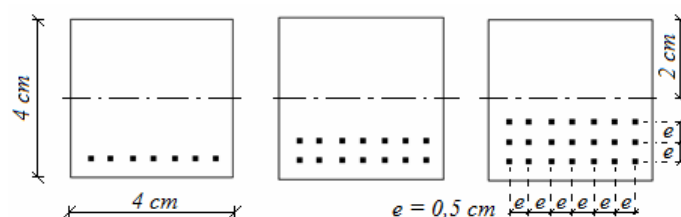


Figure 3. Position des fibres selon 1, 2 ou 3 lits horizontaux. Le premier lit est situé à 0,5cm du bas de l'éprouvette. L'espacement horizontal des fibres est 0,5cm.

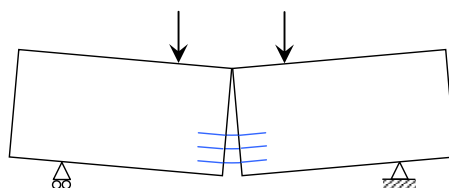


Figure 4. Essai d'arrachement des fibres en flexion 4 points.

Ces éprouvettes sont exposées à différentes températures : 20°C, 400°C, 500°C et 800°C. La vitesse de chauffe est fixée à 5°C/min. La température est maintenue constante pendant une heure. Le retour à la température ambiante est obtenu four éteint et fermé (~0,3°C/min). Elles sont ensuite testées en flexion 4 points (Figure 4). Durant l'essai l'effort et le déplacement sont enregistrés. L'effort correspondant au premier glissement et l'effort maximal sont relevés.

3.2. Contraintes d'arrachement en fonction de la température

3.2.1. Méthode d'analyse

La contrainte moyenne de cisaillement dans les fibres est calculée avec les hypothèses suivantes :

- Petites déformations en comparaison avec les dimensions du corps déformé.
- Elasticité parfaite des fibres d'acier quelle que soit la température.
- Conservation des sections planes.
- Rigidité à la torsion des fibres négligeable.

Nous considérons qu'une rotule est présente à l'arête supérieure de l'éprouvette lors du chargement. Le moment fléchissant extérieur est repris seulement par les fibres. A partir de la Figure 5, les équations d'équilibres sont les suivantes :

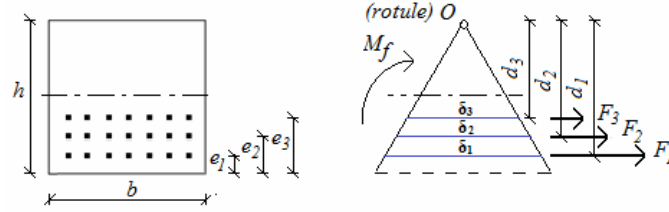


Figure 5. Section et schéma des déformations des fibres.

$$M_f = F_1 \cdot d_1 + F_2 \cdot d_2 + F_3 \cdot d_3 = \sum_{i=1}^{i=n} F_i \cdot d_i \quad [1]$$

Avec $d_i = h - e_i$. Les forces F_i peuvent s'exprimer en fonction des déplacements δ_i .

$$F_i = K \delta_i \quad [2]$$

Où K est le coefficient de rigidité à l'arrachement de la liaison fibre/matrice. Les équations de compatibilité de déformation et géométrique sont les suivantes :

$$\frac{F_{i+1}}{F_i} = \frac{\delta_{i+1}}{\delta_i} \Rightarrow F_{i+1} = \frac{\delta_{i+1}}{\delta_i} \cdot F_i \quad [3]$$

$$\frac{d_{i+1}}{d_i} = \frac{\delta_{i+1}}{\delta_i} \quad [4]$$

En substituant l'équation [4] dans l'équation [3], nous obtenons :

$$F_{i+1} = \frac{d_{i+1}}{d_i} \cdot F_i \quad [5]$$

En introduisant [5] dans l'équation [1], nous obtenons enfin l'équilibre entre le moment extérieur et les efforts dans les fibres. L'effort F_i est alors exprimé en fonction de ce moment extérieur.

$$M_f = \frac{F_i}{d_i} \cdot \sum_{i=1}^{i=n} d_i^2 \Rightarrow F_i = \frac{d_i}{\sum_{i=1}^{i=n} d_i^2} \cdot M_f \quad [6]$$

La force F_i représente l'effort de traction repris par une file de m fibres [dans notre étude $m = 7$], par conséquent l'effort repris par chaque fibre est :

$$F_i^* = \frac{F_i}{m} = \frac{1}{m} \frac{d_i}{\sum_{i=1}^{i=n} d_i^2} \cdot M_f \quad [7]$$

La contrainte moyenne de cisaillement (Figure 6) est alors donnée par l'équation suivante :

$$\tau_i = \frac{F_i^*}{\pi \cdot \phi \cdot L_f} \quad [8]$$

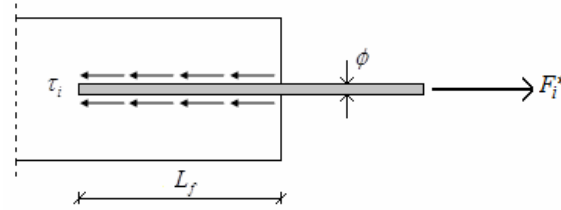


Figure 6. Ancrage d'une fibre dans la matrice cimentaire.

3.2.2. Résultats

A partir de l'équation 7, nous calculons les contraintes de cisaillement au premier glissement et à l'effort maximal avec $L_f=12\text{mm}$. Chaque valeur obtenue est la moyenne de 9 essais (3 pour chaque type d'éprouvette : 1 file, 2 files et 3 files) pour chaque température (20°C, 400°C, 500°C, 800°C). L'évolution en fonction de la température de la contrainte moyenne de cisaillement lors du premier glissement et de la contrainte moyenne de cisaillement maximale est donnée en Figure 7. Nous constatons que l'adhérence est peu modifiée pour des températures comprises entre 20°C et 400°C. L'augmentation constatée entre 20°C et 400°C peut être attribuée à un retrait de la matrice cimentaire (transformation de Ca(OH)_2 en CaO) [GEO 05], qui augmenterait le pincement de la fibre par la matrice cimentaire. Par contre à partir de 500°C, la contrainte d'adhérence diminue fortement. A 800°C, les fibres sont quasiment détruites (elles n'assurent plus la liaison entre les deux parties de mortier) et l'adhérence est donc considérée comme nulle. Ce comportement est cohérent avec celui observé lors de l'analyse des essais de flexion (cf. §2).

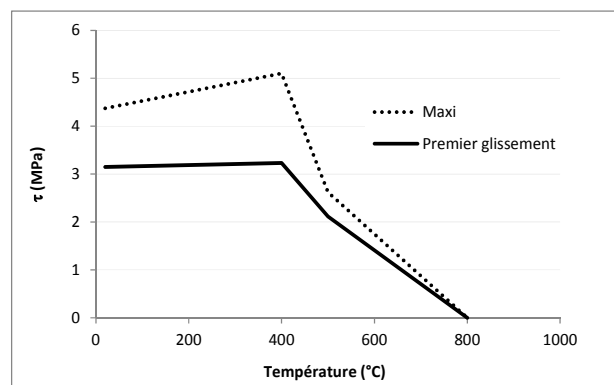


Figure 7 : Evolution de la contrainte de cisaillement au premier glissement et de la contrainte de cisaillement maximale en fonction de la température.

4. Observations au microscope électronique à balayage

Des observations au microscope électronique ont été effectuées, à l'aide d'un MEB à effet de champ JSM 6301F, sur des fibres extraites des mortiers ayant subi les tests thermomécaniques. D'autres observations, à l'aide d'un MEB conventionnel équipé d'un spectromètre de dispersion d'énergie Oxford Link INCA, ont ensuite été effectuées sur des fibres seules traitées à différentes températures.

4.1. Observations MEB des fibres extraites des mortiers

Les observations MEB des fibres d'acier extraites des éprouvettes de mortier ayant subi un cycle de chauffage / refroidissement de la température ambiante jusqu'à 400°C, 500°C et 800°C sont données dans la Figure 8.

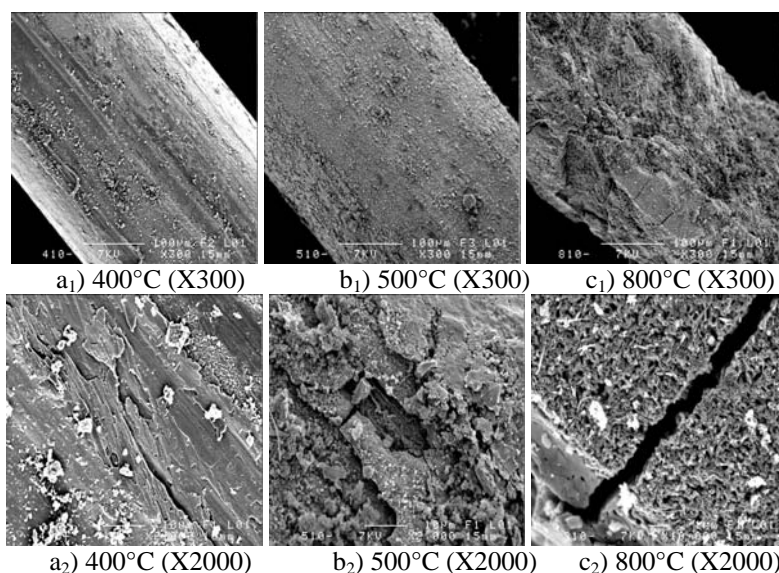


Figure 8 : Observations MEB des fibres d'acier extraites des éprouvettes de mortier à température de 400°C, 500°C et 800°C.

Les fibres ont été extraites de la matrice cimentaire après refroidissement et après rupture. Pour la température de chauffe de 400°C (Figure 8 (a)), la fibre conserve une forme régulière, peu altérée et il n'y a pas de formation de fissures sur la surface de la fibre. A fort grossissement (image a₂), la microstructure du matériau apparaît très peu modifiée. L'adhérence semble correcte entre la fibre et la pâte de ciment. Pour la température de chauffe de 500°C (Figure 8 (b)), on observe une forme peu ondulée de la fibre sans réduction de la section. A plus fort grossissement (image b₂), on observe de petites surfaces de décollement de la pâte cimentaire sur la surface de la fibre, mais sans créer de désordres sur la liaison fibre - matrice cimentaire. A cette température, la matrice conserve sa morphologie classique.

Cependant, avec l'élévation de température (800°C) (Figure 8 (c)), on observe une décohérence de la matrice cimentaire ainsi que des fractures clairement visibles sur la fibre (image c_2). A cette température, la fibre est totalement altérée par un phénomène d'oxydation, ce qui conduit aux pertes de ses caractéristiques physico-mécaniques. Des particules provenant de la matrice cimentaire sont encore visibles à la surface de la fibre, mais une partie de ces particules a commencé à se vitrifier.

4.2. Observations MEB des fibres seules

Des fibres d'acier ont été chauffées à différentes températures (20°C, 400°C, 500°C, 600°C, 700°C et 800°C) dans les mêmes conditions que les éprouvettes de mortier fibré. Les fibres ont ensuite été coulées dans une résine, puis polies afin d'en observer la section. Les images sont données dans la Figure 9.

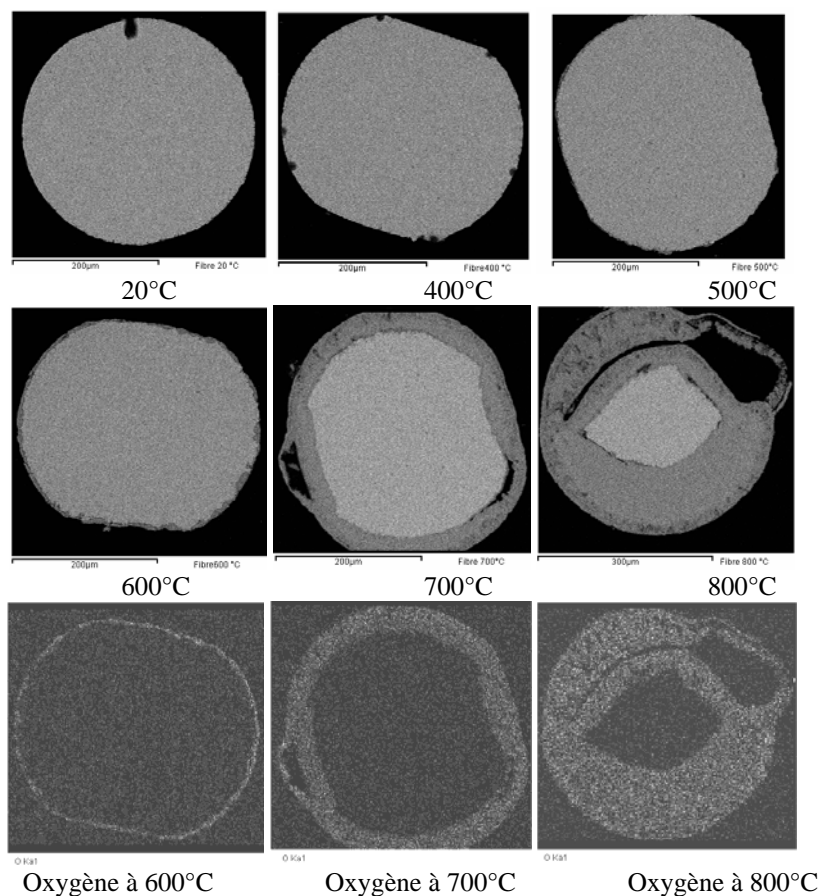


Figure 9 : Observations MEB d'une section des fibres d'acier chauffées seules à température de 20°C, 400°C, 500°C, 600°C, 700°C et 800°C. La barre d'échelle correspond à 200µm. Dernière ligne : cartographie de l'atome d'oxygène mettant en évidence l'oxydation des fibres.

Des cartographies de l'atome d'oxygène, permettant de mettre en évidence l'oxydation, complètent ces observations.

Les analyses à la microsonde effectuées sur la fibre saine (20°C) montrent la présence de zinc et de phosphore indiquant un traitement anticorrosion de surface par phosphatation (Parkérisation) [SUN 12]. Les observations MEB mettent en évidence un phénomène d'oxydation qui semble débiter de façon superficielle dès 500°C (couche plus foncée autour de la fibre, donc moins dense en atomes lourds Fe). Des analyses à la microsonde sur cette couche plus foncée montrent la présence d'un monoxyde de fer (FeO). Cet oxyde de fer ne se forme qu'à haute température [VOU 08]. A l'inverse, les analyses à la microsonde sur la partie interne (zone claire, donc plus dense en atomes lourds Fe) montrent la présence de fer uniquement indiquant que l'oxydation n'a pas eu lieu dans cette zone. Il faut noter que la température de fusion du zinc est 420°C. La couche protectrice est donc fortement altérée au-delà de cette température. Le phénomène d'oxydation devient de plus en plus important lorsque la température augmente. A 700°C la couche d'oxydes a une épaisseur d'environ 30µm et à 800°C la couche atteint 75µm, soit 84% de la section initiale. A 800°C, la couche d'oxydes se fissure et se désolidarise du « cœur » de la fibre. Cette fissuration apparaît sur les observations précédentes (Figure 8 (c₂)). Une analyse thermogravimétrique (ATD) effectuée sur une fibre d'acier seule en présence d'une atmosphère synthétique (N₂O₂) montre une prise de masse dès 450°C qui correspondrait au début de l'oxydation observée précédemment. A 950°C, la prise de masse atteint 6,5%. En atmosphère inerte (N₂) la prise de masse est quasi nulle (inférieure à 0,5% à 950°C).

5. Conclusion

Les résultats de cette étude complètent nos recherches sur le comportement mécanique des mortiers renforcés de fibres d'acier exposés à de hautes températures. Une chute importante de résistance mécanique est observée à partir de 500°C. Celle-ci est due à la déshydratation de la matrice cimentaire. Cette déshydratation modifie l'adhérence fibre – matrice. De plus, nous avons observé une dégradation par oxydation des fibres. Cette dégradation s'ajoute à la déshydratation de la matrice et conduit à une perte d'adhérence significative à partir de 500°C. Cette perte d'adhérence contribue à l'altération du comportement mécanique à hautes températures.

6. Bibliographie

- [KAL 02] Kalifa P., Pardon D., Menneteau F.D., Gallé C., Chené G., Pimienta P., Comportement à haute température des bétons à haute performances : de l'éclatement à la microstructure, Cahier du CSTB, 2002, n°3435.
- [HER 84] Hertz K., Heat-induced explosion of dense concretes, Technical University of Denmark, Institute of Building Design, 1984, Report n°166.

- [NOU 02] Noumowé A., Lefèvre A., Duval R., Porosité supplémentaire consécutive à la fusion de fibres de polypropylène dans un béton à hautes performances, *Revue Française de Génie Civil*, vol. 6, n°2, 2002, p.301-313.
- [SUH 06] Suhaendi S.L., Horiguchi T., Effect of short fibers on residual permeability and mechanical properties of hybrid fibre reinforced high strength concrete after heat exposition, *Cement and Concrete Research*, vol. 36, n°9, 2006, p. 1672-1678.
- [KHO 08] Khoury G.A., Willoughby B., Polypropylene fibres in heated concrete. Part 1: molecular structure and materials behaviour, *Magazine of Concrete Research*, vol. 60, n°2, 2008, p. 125-136.
- [PEN 06] Peng G.F., Yang W.W., Zhao J., Liu Y.F., Bian S.H., Zhao L.H., Explosive spalling and residual mechanical properties of fiber-toughened high-performance concrete subjected to high temperatures, *Cement and Concrete Research*, vol. 36, 2006, p. 723-727.
- [POO 04] Poon C.S., Shui Z.H., Lam L., Compressive behavior of fiber reinforced high-performance concrete subjected to elevated temperatures, *Cement and Concrete Research*, vol. 34, 2004, p. 2215-2222.
- [CHE 04] Chen B., Liu J., Residual strength of hybrid-fiber-reinforced high-strength concrete after exposure to high temperatures, *Cement and Concrete Research*, vol. 34, 2004, p. 1065-1069.
- [LAU 06] Lau A., Anson M., Effect of high temperatures on high performance steel fiber reinforced concrete, *Cement and Concrete Research*, vol. 36, 2006, p. 1698-1707.
- [EZZ 11] Ezziane M., Molez L., Jaubertie R., Rangeard D., Heat exposure tests on various types of fibre mortar, *EJECE*, vol. 15, n° 5, 2011, p. 715- 726.
- [LEE 10] Lee Y., Kang S.T., Kim J.K., Pullout behaviour of inclined steel fiber in an ultra-high strength cementitious matrix, *Construction and Building Materials*, 24, 2010, p. 2030-2041.
- [SUN 12] Sun M., Wen D.J. and Wang H.W., Influence of corrosion on the interface between zinc phosphate steel fiber and cement, *Materials and Corrosion*, vol. 63, n°1, 2012, p. 67-72.
- [HAM 10] Hamoush S., Abu-Lebdeh T., Cummins T., Zornig B., Pullout Characterizations of Various Steel Fibers Embedded in Very High-Strength Concrete, *American J. of Engineering and Applied Sciences*, vol. 3, n° 2, 2010, p. 418-426.
- [GEO 05] Georgali B., Tsakiridis P.E., Microstructure of fire-damaged concrete. A case study, *Cement and Concrete Composites*, vol 27, 2005, p. 255-259.
- [VOU 08] Vourlias G., Pistofidis N., Chrissafis K., High-temperature oxidation of precipitation hardening steel, *Thermochimica Acta*, vol. 478, Issues 1-2, 2008, p. 28-33.